特許協力条約

PCT

特許性に関する国際予備報告(特許協力条約第二章)

REC'D **0 2 MAR 2006**WIPO PCT

(法第 12 条、法施行規則第 56 条) [PCT36 条及びPCT規則 70]

出願人又は代理人 の書類記号 FWA5-01	今後の手続きについては、様式P	ハては、様式PCT/IPEA/416を参照すること。				
国際出願番号 PCT/JP2005/002784	国際出願日 (日.月.年) 22.02.200	優先日 (日.月.年) 16.03.2004				
国際特許分類 (IPC) Int.Cl. A61K 8/02 (2006.01), A61K 8/19 (2006.01), A61Q 1/06 (2006.01)						
出願人(氏名又は名称) 三菱鉛筆株式会社						
1. この報告書は、PCT35 条に基づきこの国際予備審査機関で作成された国際予備審査報告である。 法施行規則第 57 条 (PCT36 条) の規定に従い送付する。						
2. この国際予備審査報告は、この表紙を 3. この報告には次の附属物件も添付され		7(-) N-19/4 0°				
a. ▶ 附属書類は全部で 9	・・・・・ページである。 	A DET AND THE SERVICE OF THE				
▼ 補正されて、この報告の基礎とされた及び/又はこの国際予備審査機関が認めた訂正を含む明細書、請求の範囲及び/又は図面の用紙(PCT規則 70.16 及び実施細則第 607 号参照)						
「 第 I 欄 4 . 及び補充欄に示したように、出願時における国際出願の開示の範囲を超えた補正を含むものとこの 国際予備審査機関が認定した差替え用紙						
b. 「電子媒体は全部で」 (電子媒体の種類、数を示す)。						
b. 『電子媒体は全部で』	トント 母フ心士にトス配列李又に	(
b. 「 電子媒体は全部で 配列表に関する補充欄に示す (実施細則第802号参照)	ように、電子形式による配列表又に	(電子媒体の種類、数を示す)。				
配列表に関する補充欄に示す		(
配列表に関する補充欄に示す (実施細則第802号参照) 4.この国際予備審査報告は、次の内容 第I欄 国際予備審査 第II欄 優先権 第II欄 優先権 第II欄 発規性、進歩	を含む。 報告の基礎 性又は産業上の利用可能性について の欠如	は配列表に関連するテーブルを含む。 の国際予備審査報告の不作成				
配列表に関する補充欄に示す (実施細則第802号参照) 4.この国際予備審査報告は、次の内容 第I欄 国際予備審査 第II欄 優先権 第II欄 優先権 第II欄 発規性、進歩	を含む。 報告の基礎 性又は産業上の利用可能性について の欠如) に規定する新規性、進歩性又は産	は配列表に関連するテーブルを含む。				
配列表に関する補充欄に示す (実施細則第802号参照) 4.この国際予備審査報告は、次の内容 第I欄 国際予備審査 第II欄 優先権 第II欄 発先権 第IV欄 発明の単一性 「第V欄 PCT35条(2)	を含む。 報告の基礎 性又は産業上の利用可能性について の欠如) に規定する新規性、進歩性又は産 献及び説明 文献	は配列表に関連するテーブルを含む。 の国際予備審査報告の不作成				
配列表に関する補充欄に示す (実施細則第802号参照) 4.この国際予備審査報告は、次の内容 第I欄 国際予備審査 第II欄 優先権 第II欄 発明の単一性 第V欄 発明の単一性 「第V欄 PCT35条(2) けるための文 第VI欄 ある種の引用	を含む。 報告の基礎 性又は産業上の利用可能性について の欠如) に規定する新規性、進歩性又は産業 献及び説明 文献 備	は配列表に関連するテーブルを含む。 の国際予備審査報告の不作成				
配列表に関する補充欄に示す (実施細則第802号参照) 4. この国際予備審査報告は、次の内容 第 I 欄 国際予備審査 第 II 欄 優先権 第 II 欄 優先権 第 II 欄 一性 第 V欄 発明の単一性 「第 V欄 P C T 35条(2) けるための文 第 VI欄 国際出願の不 第 VII 欄 国際出願の不 第 VII 欄 国際出願の不	を含む。 報告の基礎 性又は産業上の利用可能性について の欠如)に規定する新規性、進歩性又は産業 献及び説明 文献 備 する意見	は配列表に関連するテーブルを含む。 の国際予備審査報告の不作成 業上の利用可能性についての見解、それを裏付				
配列表に関する補充欄に示す (実施細則第 802 号参照) 4. この国際予備審査報告は、次の内容 第 I 欄 国際予備審査 第 第 II 欄 優先権 第 II 欄 優先権 第 II 欄 発明の単一性 第 V欄 P C T 35条(2) けるための文 第 VI欄 国際出願の不	を含む。 報告の基礎 性又は産業上の利用可能性について の欠如)に規定する新規性、進歩性又は産業 献及び説明 文献 備 する意見	は配列表に関連するテーブルを含む。 の国際予備審査報告の不作成				
配列表に関する補充欄に示す (実施細則第802号参照) 4. この国際予備審査報告は、次の内容 第 I 欄 国際予備審査 第 II 欄 優先権 第 II 欄 優先権 第 IV欄 発明の単一性 第 V欄 P C T 35条(2) けるための文 第 VI欄 国際出願の不 第 WI欄 国際出願に対 国際子備審査の請求書を受理した日 16.01.2006	を含む。 報告の基礎 性又は産業上の利用可能性について の欠如) に規定する新規性、進歩性又は産業 献及び説明 文献 備 する意見 国際予備審:	は配列表に関連するテーブルを含む。 の国際予備審査報告の不作成 業上の利用可能性についての見解、それを裏付 を報告を作成した日 16.02.2006 官(権限のある職員) 4 C 9444				
配列表に関する補充欄に示す (実施細則第802号参照) 4. この国際予備審査報告は、次の内容 第 I 欄 国際予備審査 第 II 欄 優先権 第 II 欄 優先権 第 IV欄 発明の単一性 第 V欄 P C T 35条(2) けるための文 「第 VI欄 国際出願の不 「第 VII欄 国際出願の不 「第 WII欄 国際出願に対	を含む。 報告の基礎 性又は産業上の利用可能性についての欠如) に規定する新規性、進歩性又は産業 献及び説明 文献 備 する意見 国際予備審 特許庁審査 ア ア ア ア ア ア ア ア ア ア ア ア ア	武配列表に関連するテーブルを含む。 の国際予備審査報告の不作成 業上の利用可能性についての見解、それを裏付 査報告を作成した日 16.02.2006				

第	[欄	報告の基礎						
1	童語	に関し、この予備審査報告は以下のものを基礎とした。						
٠.	□ 出願時の言語による国際出願							
		出願時の言語から次の目的のための言語である 語に翻訳された、この国際出願の翻訳文						
		□ 国際調査(PCT規則12.3(a)及び23.1(b)) □ 国際公開(PCT規則12.4(a))						
		国際予備審査 (PCT規則55.2(a)又は55.3(a))						
2.	この た差	D報告は下記の出願書類を基礎とした。(法第6条(PCT14条)の規定に基づく命令に応答するために提出され 差替え用紙は、この報告において「出願時」とし、この報告に添付していない。)						
		出願時の国際出願書類						
	V	明細書						
		第 2-3, 10-15, 17 ページ、出願時に提出されたもの						
		第 1,4-9,16 ページ*、16.01.2006 付けで国際予備審査機関が受理したもの 第 ページ*、						
		第						
	V	請求の範囲 第2-5 項、出願時に提出されたもの						
		項* PCT19条の規定に基つさ補止されたもの						
		# 1 6						
		第 <u>1</u> , 0						
		図面						
		第						
		第 ページ/図、出願時に提出されたもの 第 ページ/図*、 付けで国際予備審査機関が受理したもの 第 ページ/図*、 付けで国際予備審査機関が受理したもの						
		配列表又は関連するテーブル						
		配列表に関する補充欄を参照すること。						
_	-	。 補正により、下記の書類が削除された。						
3.	1							
		明細書 第 ページ 請求の範囲 第 項						
		関面 第 <u></u> ページ/図						
ļ		□ 配列表 (具体的に記載すること)						
		■ 配列表に関連するテーブル(具体的に記載すること)						
Ì		カース と						
4	. I.	」 この報告は、補充欄に示したように、この報告に添付されかつ以下に示した補正が出願時における開示の範囲を超えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則 70.2(c))						
		□ 明細書 第 <u>第 </u>						
		□ 明細書第□ 請求の範囲第図面第ページ/図						
		□ 配列表(具体的に記載すること)□ 配列表に関連するテーブル(具体的に記載すること)						
		配列表に関連するアーノル(共争的に配戦すること						
,	* 4.	に該当する場合、その用紙に "superseded" と記入されることがある。						

見解			
新規性((N)	請求の範囲 <u>1-6</u> 請求の範囲	
進歩性((IS)	請求の範囲 <u>1-6</u> 請求の範囲	
産業上の	O利用可能性(IA)	請求の範囲 <u>1-6</u> 請求の範囲	

(文献)

- 1. JP 10-212211 A (科学技術庁無機材質研究所長), 1998. 08. 11 2. JP 11-100208 A (株式会社資生堂), 1999. 04. 13 3. JP 11-106324 A (株式会社資生堂), 1999. 04. 20

- 4. JP 02-172902 A (株式会社トンボ鉛筆), 1990.07.04

(説明)

本願の請求の範囲1-6に係る発明は、新規性及び進歩性を有する。

国際調査報告に引用された文献1-4には、メソポーラス粉体を含有する棒状の口 紅が記載あるいは示唆されている。

しかしながら、少なくとも体質材、メンポーラス材料形成用原料を含む配合組成物を混練し、この混練物を押出成形した後、当該成形物をマイクロ波加熱することによ って前記体質材を結合させる結合材としてのメンポーラス材料を低温で合成するこ とを特徴とする棒状化粧料の製造方法、及び、当該方法で製造された棒状化粧料は、 国際調査報告に引用されたいずれの文献にも記載も示唆もされていない。

本願の請求の範囲1-6に係る発明は、産業上の利用可能性を有する。

明細書

棒状化粧料及びその製造方法 技術分野

[0001] 本発明は、主として化粧品用に使用する繰り出し容器用棒状化粧料、木軸用棒状化粧料、紙巻棒状化粧料等に関し、更に詳しくは、メソポーラス材料を骨格として形成させることにより、十分な発色性、描線濃度を持ちながら、塗布感をメソ孔の大きさや分布、若しくは材料種によって硬くも軟らくも自由に設定でき、機械的強度(曲げ強度、引張強度、衝撃強度等)にも優れると共に、多色化を可能とした棒状化粧料及びその製造方法に関する。

背景技術

- [0002] 一般に、棒状化粧料において、要求される重要特性としては、塗布感が良好で多色化でき描線の発色性が良く、機械的強度が強いことである。
- [0003] これらを満たす棒状化粧料としては、例えば、シリコーン油、脂肪酸及び脂肪族 アルコールからなる分子内分岐構造を有する凝固点 0 ℃以下のエステル油、メチル ハイドロジェンポリシロキサン処理顔料、並びに、固形油脂を必須成分として配合した棒状化粧料が知られている(例えば、特許文献 1 参照)。

この棒状化粧料においては、油脂やシリコーン油といった、油成分が含有しており、これらの材料が強度に強く影響するためにパウダリー(粉体を固めたような塗布感)で軟らかい良好な塗布感にすると、強度が低下してしまうという課題がある。

[0004] 一方、ワックス類を使用せず、パウダリーな塗布感を目指した棒状化粧料が研究されている。例えば、カルボキシメチルセルロース (CMC) 等の水溶性の糊料を使用したもの (例えば、特許文献2参照) や、石膏を使用したもの (例えば、特許文献3参照) が知られている。

しかしながら、これらの結合材を使用した棒状化粧料では、結合材が極度に硬化してしまうため、肌への塗布感が非常に硬く、また、アイブロウやアイライナーなどの細いものにすると非常に脆く、十分な機械的強度を得るために結合材の量を増加させると、全く塗布できないものとなる。すなわち、パウダリーな使用感を得るために、ワッ

課題を解決するための手段

[0012] 本発明者は、上記従来の課題等を解決するために、鋭意研究を行った結果、少なくとも、 芯体を構成する体質材等の粉体の表面や界面に、メソポーラス材料を骨格として形成させる ことにより、上記目的の棒状化粧料及びその製造方法が得られることを見い出し、本発明を 完成するに至ったのである。

[0013] すなわち、本発明は、次の(1)~(6)に存する。

- (1) 少なくとも体質材、メソポーラス材料形成用原料を含む配合組成物を混練、押出成形し、マイクロ波加熱、又はマイクロ波加熱と超音波洗浄とにより、前記体質材を結合させる結合材としてのメソポーラス材料を骨格として形成してなることを特徴とする棒状化粧料。
- (2) メソポーラス材料が酸化物セラミック、窒化物セラミック、燐酸化物セラミック、 炭化物セラミック、珪酸化物セラミック、ホウ化物セラミックから選ばれる少なくとも1種 である上記(1)記載の棒状化粧料。
- (3) メソポーラス材料が酸化物セラミック、窒化物セラミック、燐酸化物セラミック、 炭化物セラミック、珪酸化物セラミック、ホウ化物セラミックから選ばれる少なくとも1種 と有機物及び/又は金属との複合物である上記(1)記載の棒状化粧料。
 - (4) メソポーラス材料のメソ孔が直径2nm~1000nmの範囲である上記(1)~
 - (3) の何れか一つに記載の棒状化粧料。
 - (5) 上記(1)~(4)の何れか一つに記載の棒状化粧料が化粧鉛筆である棒状化粧料。
- (6) 少なくとも体質材、メソポーラス材料形成用原料を含む配合組成物を混練、押出成形し、マイクロ波加熱、又はマイクロ波加熱と超音波洗浄とにより、前記体質材を結合させる結合材としてのメソポーラス材料を低温で合成することにより、メソポーラス材料を骨格とした棒状化粧料を製造することを特徴とする棒状化粧料の製造方法。

発明の効果

[0014]

本発明によれば、素材を成形させた後に、結合材となるメソポーラス材料が骨格として 形成されることとなるので、十分な発色性、描線濃度を持ちながら、塗布感をメソ孔の大き さや分布、若しくは材料種によって硬くも軟らくも自由に設定でき、機械的強度(曲げ強度、 引張強度、衝撃強度等)にも優れると共に、多色化を可能とした棒状化粧料及びその製造方 法が提供される。

また、メソポーラス材料として、酸化物セラミック、窒化物セラミック、燐酸化物セラミック、炭化物セラミック、珪酸化物セラミック、ホウ化物セラミックから選ばれる少なくと

も1種を用いて、これらのセラミックを骨格としてなるものは、更にパウダリーで良好な塗 布感が得られる棒状化粧料となる。

更に、本発明方法では、マイクロ波加熱又はマイクロ波加熱と超音波洗浄とによりメソポ ーラス材料を低温で合成するにより製造することができるため、様々な顔料を熱処理による 劣化を発生させずに、使用することができ、発色が損なわれることも少ない棒状化粧料の製 浩方法が提供される。

発明を実施するための最良の形態

以下に、本発明の実施形態を詳しく説明する。 [0015]

> 本発明の棒状化粧料は、少なくとも体質材、メソポーラス材料形成用原料を含む配合組成 物を混練、押出成形し、マイクロ波加熱、又はマイクロ波加熱と超音波洗浄とにより、前記 体質材を結合させる結合材としてのメソポーラス材料を骨格として形成してなることを特徴 とするものであり、また、本発明の棒状化粧料の製造方法は、少なくとも体質材、メソポー ラス材料形成用原料を含む配合組成物を混練、押出成形し、マイクロ波加熱、又はマイクロ 波加熱と超音波洗浄とにより、前記体質材を結合させる結合材としてのメソポーラス材料を 低温で合成することにより、メソポーラス材料を骨格とした棒状化粧料を製造することを特 徴とするものである。

本発明の棒状化粧料は、上述の如く、体質材を結合させる結合材としてのメソポーラス材 [0016] 料を骨格として形成してなることを特徴とするものであり、メソポーラス材料形成用原料、 体質材、顔料等の色材、界面活性剤などの原料(素材)を用いて成形させた後に、メソポー ラス材料が骨格(結合材)として形成される構成となるものである。

> まず、本発明において、用いるメソポーラス材料形成用原料としては、一般的にメソポー ラス材料に分類されているものであれば、特に限定されず、いずれも使用することができる。 例えば、酸化ケイ素を主材料としたメソポーラス材料形成用原料を用いることができる。 このメソポーラス材料の合成方法としては、酸化ケイ素源とテンプレートの組み合わせによ り、以下の4種の合成方法1)~4)が知られている。

- 米国特許第3556725号公報、特表平5-503499号公報、特開平8-3 4607号公報等に合成法が記載されている方法で、アモルファス酸化ケイ素粉末やアルキ ルシリケート水溶液、活性酸化ケイ素などを酸化ケイ素源とし、長鎖のアルキル基を有する アンモニウム塩、あるいはホスホニウム塩をテンプレートとして用い、アルカリ性領域で合 成する方法である。
 - 特開平4-238810号公報等に記載されている方法で、酸化ケイ素源としてカ

[0017]

ネマイトなどの層状珪酸塩を、テンプレートとして長鎖のアルキルアンモニウムカチオンなどを用い、イオン交換法により合成する方法である。

- [0018]
- 3) 米国特許第5672556号公報等に記載されている方法で、酸化ケイ素源として テトラエトキシシラン等のようなアルコキシドを用い、テンプレートとしてアルキルアミン 等の界面活性剤を鋳型として用いる方法である。
- 4) H. Minakuchi, K. Nakanishi らによって Anal. Chem., 69 3498-3501 (1996) 及び J. Porous. Mater., 467-112 (1997) で報告されている方法で酸化ケイ素源としてテトラエトキシシランやテトラメトキシシラン等のアルコキシシランを用い、テンプレートとして用いる 水溶性高分子や界面活性剤と相分離させてメソポーラスシリカを得る方法である。

これらの合成法は、本発明の棒状化粧料の実施形態により適宜選択して使用することができる。

- [0019] また、本発明に用いるメソポーラス材料形成用原料には、種々のセラミック材料形成用原料を用いることが可能であり、例えば、ケイ素、チタン、ジルコニウム、アルミニウム等の金属の酸化物セラミック、窒化物セラミック、燐酸化物セラミック、炭化物セラミック、珪酸化物セラミック、ホウ化物セラミックの形成用原料のいずれも用いて骨格とすることができるが、これらは単独で用いることとなるが、2種以上を混合して用いることも可能であり、目的とする成形体の形状や成形方法によって適宜選択される。

有機物としては、例えば、メチル基やフェニル基を無機高分子中に複合させ、有機無機ハイブリット材料としたものや、ポリ塩化ビニル、ポリエチレングリコール、ポリビニルピロリドンやメチルセルロース等の有機高分子を混合させ、有機無機ハイブリッ材料としたもの等が挙げられ、物理特性や成形条件等を考慮して適宜選択することができるがこれらに限定されるものではない。

また、金属としては、例えば、メソポーラス材料の合成時に、Ti、Zr、Ce、Sr、V、W

、Mo等の金属カチオン、それらのオキシ金属アニオン及びフルオロ金属アニオンからなる 群から選ばれる少なくとも1種の金属イオンを含有させることにより、防錆皮膜を形成させ たものや、Pt等の触媒金属を含有させることにより触媒機能を持たせたもの等が挙げられ、 付加したい特性や物理条件を考慮して適宜選択することができるがこれらに限定されるもの ではない。

[0021] これらのメソポーラス材料形成用原料の含有量としては、棒状化粧料配合組成物全量に対して、好ましくは、0.1~50重量%、更に好ましくは、0.1~20重量%とすることが望ましい。

このメソポーラス材料形成用原料の含有量が0.1重量%未満であると、成形時の造形性 や均質性等が著しく損なわれ、一定形状の成形体を得ることは難しくなり、また、該成形体 の強度も著しく弱いものとなる。一方、メソポーラス材料形成用原料の含有量が50重量% を超えると、強度は高くなるが、硬くて塗布できなくなったり、磨耗しづらくなるなどの弊 害が生じる。

- [0022] 本発明の棒状化粧料に使用される体質材としては、従来の棒状化粧料に使用されているものであれば、特に限定されるものではなく、いずれも使用することができる。例えば、窒化ホウ素、カオリン、タルク、マイカ、炭酸カルシウム等の白色系体質材や、棒状化粧料の色相によっては、有色系の体質材も使用することができ、当然これら数種類の混合物も使用できる。特に、好ましくは、その物性、形状から窒化ホウ素、カオリン、タルクが挙げられる。更には、前記メソポーラス材料も体質材となり得るものである。
- [0023] 本発明に用いられる界面活性剤としては、一般的に界面活性剤に分類されているものであればいずれも使用することができ、イオン型界面活性剤であっても非イオン型界面活性剤であっても使用することができる。

イオン型界面活性剤としては、例えば、カルボン酸塩、硫酸エステル塩、スルホン酸塩、 リン酸エステル塩等のアニオン界面活性剤や、アルキルアミン塩、第4級アンモニウム塩、 アルキルピリジウム塩等のカチオン界面活性剤や、アミノ酸型、ベタイン型、スルホン酸塩 型、リン酸エステル塩型などの各両性界面活性剤などが挙げられ、非イオン型界面活性剤と してはポリエチレングリコール型、多価アルコール型が挙げ られるが、必ずしもこれに限定されるものではない。これらの界面活性剤は、単独で、又は 2種以上混合して用いることができる。

- [0024] 本発明に用いられる色材としては、例えば、酸化チタン、鉄黒、カーボンブラック、紺青、 群青、青色1号、弁柄、黄酸化鉄、酸化クロム、水酸化クロム、酸化亜鉛、酸化ジルコニウム、酸化コバルト、魚鱗箔、オキシ塩化ビスマス、雲母チタン、青色2号、青色404号、赤色2号、赤色3号、赤色102号、赤色104号、赤色105号、赤色106号、黄色4号、黄色5号、緑色3号等の顔料等が挙げられ、これらは単独で、又は2種以上混合して用いることができる。
- [0025] 本発明の棒状化粧料は、上記メソポーラス材料形成用原料、体質材、顔料等の色材、界面活性剤などを混練し、この混練物を所定形状に成形後、焼成の他、溶剤による溶出とマイクロ波加熱などを用いる低温プロセスにより結合材となるメソポーラス材料が骨格として形成される棒状化粧料が製造されることとなる。

具体的には、メソポーラス材料形成用原料、例えば、メソポーラス材料形成用の溶液、体質材、顔料等の色材、界面活性剤などの原料(配合組成物)を混練し、この混練物を押出機にて細線状に押出成形し、乾燥後、マイクロ波加熱により、又は水(蒸留水、精製水)等で超音波洗浄した後にマイクロ波加熱をすることにより、テンプレートの除去及び結合材となるメソポーラス材料が骨格として形成される目的の棒状化粧料が製造することができる。なお、マイクロ波加熱の条件(周波数、照射時間等)は棒状化粧料の用途、形状、原料種等により変動するが、直径2mm程度の棒状化粧料であれば、0.30~30GHz、5g程度でサンプルを700Wで0.5~3分間程度である。

[0026] 本発明では、上述の如く、マイクロ波加熱又はマイクロ波加熱と超音波洗浄とによりメソポーラス材料を低温(100℃以下)で合成することにより製造することができるため、耐熱性の低い顔料を含む様々な顔料を熱処理による劣化を発生させずに、使用することができ、発色が損なわれることも少ない十分な多色化と鮮やかな発色性を有する棒状化粧料が製造されることとなる。

得られる棒状化粧料におけるメソポーラス材料のメソ孔は、塗布感が軟らかく良好であり、 機械的強度を維持しつつ、鮮やかな発色性と濃度を有する棒状化粧料を得る点から、直径が 2nm~1000nmの範囲、好ましくは、50~500nmとなるものが望 ましい。なお、上記メソ孔の測定(後述する実施例を含む)は、水銀圧入式の細孔分布測定 装置 (ユアサアイオニック社製) により測定することができる。

[0027] このように構成される本発明では、素材を成形させた後に、結合材となるメソポーラス材料が骨格として形成されることとなるので、十分な発色性、描線濃度を持ちながら、塗布感をメソ孔の大きさや分布、若しくは材料種によって硬くも軟らくも自由に設定でき、機械的強度(曲げ強度、引張強度、衝撃強度等)にも優れると共に、多色化を可能とした棒状化粧料及びその製造方法が得られるものとなる。

得られる棒状化粧料は、繰り出し容器用棒状化粧料、木軸用棒状化粧料、紙巻棒状化粧料 等に好適に適用することができ、特に化粧鉛筆として好適に適用することができる。

実施例

[0028] 次に、実施例及び比較例により本発明を更に説明するが、本発明は下記実施例に限定されるものではない。

[0029] (実施例1)

イオン交換水300g、界面活性剤としてのセチルトリメチルアンモニウムブロミド300g、0.1mo1/10HC1を25g入れ、<math>30°Cで、30分間撹拌を行った(溶液1)。 次いで、Si源としてのテトラエチルオルソシリケート(TEOS)<math>50gと、Ti源としてのチタンイソプロポキシド<math>50gとの混合液を上記溶液1に加え、30°Cで2時間撹拌し、メソポーラス材料形成用の溶液Aを調製した。この溶液Aを用いて下記配合組成物及び下記製法により棒状化粧料を得た。

[0030] 配合組成物:

溶液A30.0重量%紺青24.0重量%酸化チタン6.0重量%カオリン20.0重量%窒化ホウ素20.0重量%

上記配合組成物を混練し、この混練物を押出機にて細線状に押出成形し、空気中50℃で24時間乾燥後、蒸留水で1時間超音波洗浄した後、マイクロ波加熱(2.45

木軸に組み込んだ鉛筆の形状で評価を行った。

これらの結果を下記表1に示す。

[0051] [表1]

[0052]

I I	メソ孔径	成形性	機械的強度	発色性	塗布感
実施例1	50 nm	良好	120	良好な発色	サラサラ
実施例2	100nm	極めて良好	130	良好な発色	サラサラ
実施例3	300 nm	極めて良好	200	良好な発色	サラサラ
実施例4	300nm	良好	160	良好な発色	サラサラ
実施例5	400nm	良好	152	良好な発色	サラサラ
実施例6	500nm	極めて良好	145	良好な発色	サラサラ
実施例7	100nm	良好	120	良好な発色	サラサラ
実施例8	100nm	良好	115	強い発色	滑らか
実施例9	100nm	良好	110	良好な発色	滑らか
実施例10	100nm	良好	105	良好な発色	滑らか
比較例1	- *1	良好	100	くすんでいる	サラサラ
比較例2	- *1	悪い(崩壊)	80	良好な発色	崩れやすい
比較例3	 *1	悪い (崩壊)	65	良好な発色	崩れやすい
比較例4	* 1	普通	30	普通	ぬるぬる

*1:ほとんどなし又はほとんど見られない (=測定不能)

上記表1の結果から明らかなように、本発明範囲の実施例1~8の棒状化粧料は、磨耗し易く、サラサラした塗布感が得られると同時に極めて発色性が良く機械的強度にも優れていることが判った。また、チタン被覆マイカを配合した実施例9及び10もパール感を失うことなく、発色の良いパール棒状化粧料が得られると共に、これらは成形性に優れていることが判った。

更に、実施例3~6の棒状化粧料を比較考察すると、有機テンプレートの配合量や分子量を変化させることによって、強度、磨耗量、塗布感を自由に設定でき、容易に目的とする棒状化粧料に合わせた特性を発揮することが可能となることが判った。

これに対して、本発明範囲外の比較例1~3は、無機高分子を結合材・成形助剤として用いているため、成形性を良くするため無機高分子を重縮合して粘度を高めたり配合を多くしたりすると、磨耗量、濃度が減少し、また、磨耗量、濃度を多くするため、無機高分子の粘度を下げたり配合量を減らしたりすると、成形性が悪くなってしまった。

また、比較例4に示したように、無機高分子の代わりにワックスを用いると、ワックスの

請求の範囲

- [1] (補正後) 少なくとも体質材、メソポーラス材料形成用原料を含む配合組成物を混練、押出成形し、マイクロ波加熱、又はマイクロ波加熱と超音波洗浄とにより、前記体質材を結合させる結合材としてのメソポーラス材料を骨格として形成してなることを特徴とする棒状化粧料。
- [2] メソポーラス材料が酸化物セラミック、窒化物セラミック、燐酸化物セラミック、炭化物 セラミック、珪酸化物セラミック、ホウ化物セラミックから選ばれる少なくとも1種である 請求項1記載の棒状化粧料。
- [3] メソポーラス材料が酸化物セラミック、窒化物セラミック、燐酸化物セラミック、炭化物 セラミック、珪酸化物セラミック、ホウ化物セラミックから選ばれる少なくとも1種と有機 物及び/又は金属との複合物である請求項1記載の棒状化粧料。
- [4] メソポーラス材料のメソ孔が直径2nm~1000nmの範囲である請求項1~3の何れか0~つに記載の棒状化粧料。
- [5] 請求項1~4の何れか一つに記載の棒状化粧料が化粧鉛筆である棒状化粧料。
- [6] (補正後) 少なくとも体質材、メソポーラス材料形成用原料を含む配合組成物を混練、押出成形し、マイクロ波加熱、又はマイクロ波加熱と超音波洗浄とにより、前記体質材を結合させる結合材としてのメソポーラス材料を低温で合成することにより、メソポーラス材料を 情格とした棒状化粧料を製造することを特徴とする棒状化粧料の製造方法。